

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-083833

(43)Date of publication of application : 09.04.1991

(51)Int.Cl.

C03C 3/06
H01L 21/22

(21)Application number : 01-222542

(22)Date of filing : 29.08.1989

(71)Applicant : SHINETSU SEKIEI KK

(72)Inventor : FUJINOKI AKIRA
KATO TOSHIYUKI
NISHIMURA HIROYUKI
RAINHORUDO HAINRITSUHI
YUUBINGU
SHINOMIYA HIDEKAZU
SUZUKI NOBORU

(54) SYNTHETIC QUARTZ GLASS MEMBER HAVING EXCELLENT HEAT RESISTANCE

(57)Abstract:

PURPOSE: To contrive to improve the stain and heat resistances of a synthetic quartz glass member by adding Al to a highly pure synthetic quartz glass.

CONSTITUTION: An inert gas carrying sublimed gas prepared by heating anhydrous $AlCl_3$ is fed into an oxygen hydrogen flame hydrolyzing $SiCl_4$ and the produced soot-like silica fine particles are deposited on a substrate to prepare an Al-containing porous glass base material having an Al content of 0.5-20ppm. The glass base material is, if necessary, heated in a nitrogenizing agent (e.g. ammonia) at 700-900°C to add 100-4000ppm of the nitrogen to glass base material and subsequently heated in an inert atmosphere at 1300-1500°C to provide transparent glass.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑤ Int. Cl.⁹C 03 C 3/06
H 01 L 21/22

識別記号

M

庁内整理番号

6570-4G
7454-5F

⑬ 公開 平成3年(1991)4月9日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全4頁)

⑭ 発明の名称 耐熱性の優れた合成石英ガラス部材

⑯ 特 願 平1-222542

⑰ 出 願 平1(1989)8月29日

⑱ 発 明 者 藤 ノ 木 朗 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

⑲ 発 明 者 加 藤 俊 幸 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

⑳ 発 明 者 西 村 裕 幸 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社石
英技術研究所内

㉑ 発 明 者 ラインホルド ハイ
ン リツヒ ユービング 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社郡
山工場内

㉒ 出 願 人 信越石英株式会社 東京都新宿区西新宿1丁目2番2号

㉓ 代 理 人 弁理士 山本 亮一 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

耐熱性の優れた合成石英ガラス部材

2. 特許請求の範囲

1. 高純度合成石英ガラスにアルミニウムを、0.5～20ppm含有せしめて成る耐熱性の優れた合成石英ガラス部材。
2. 高純度合成石英ガラスに、アルミニウム0.5～20ppm及び窒素100～4,000ppmを含有せしめて成る耐熱性の優れた合成石英ガラス部材。
3. 請求項2記載の合成石英ガラス部材で形成された半導体熱処理用炉心管。
4. 請求項2記載の合成石英ガラス部材で形成された半導体熱処理用ポート。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、半導体ウエハーの熱処理用容器あるいは治具類に好適に使用し得る石英ガラス部材に関し、特に、アルカリ金属を含有せず、且つ耐熱

性の優れた半導体熱処理用合成石英ガラス部材に関する。

〔従来の技術〕

従来、半導体ウエハー熱処理用の容器や治具類には天然石英ガラスが広く用いられているが、有水石英ガラスとして、OH基を150～300ppm含有する一般の天然石英ガラスは、その使用上限温度が約1,100℃であり、高耐熱天然石英ガラスとして知られたOH基含有量が10ppm以下の無水天然石英ガラスは、その使用上限温度が約1,250℃までという限界があった。

各種の金属不純物類を含有する天然石英ガラスは、上記のようにガラス成分中に含まれるOH基濃度によってその耐熱性が変動し、OH濃度が高ければ粘度は低下し、低ければ増大するという一般傾向を有する。それゆえ、OH基を実質的に含まない極限の高耐熱天然石英ガラスは、天然石英ガラスとして最高の耐熱温度を有し、その耐熱性の限界温度1,250℃は、通常、完全無水天然石英ガラスによって提供される。

また、一般に、従来用いられている天然透明石英ガラス部材は、高純度の合成石英ガラスに比べて金属不純物、特にアルカリ金属不純物を多量に含有し、その含有不純物が、熱処理において炉内雰囲気を汚染し半導体ウェハーを汚染するので、不純物を含まない可及的高純度で、且つ耐熱性の優れた石英ガラス材料が要望されている。

一方、合成石英ガラスは、ナトリウムなどのアルカリ金属不純物類を実質的に含まない高い純度を有するが、天然の石英ガラスに比べて耐熱温度が低く半導体チップの熱処理用容器、治具等には使用できない。また上記のOH基に着目すれば、スート法と呼ばれるOH基を少なくし得る石英ガラス合成手法があり、OH含有量を200ppm程度に低下させることができるが、それでもその耐熱性は、せいぜい1,000℃どまりであって、あるいはハロゲンによる脱水工程によってOHを完全に除いても、耐熱性はそれ程向上せず、半導体の高温熱処理用部材としての使用には大きな制限があった。

提供し得ることを見出した。また更に、上記アルミニウムのドーブと組み合わせて特定範囲量の窒素を含有せしめることにより一層望ましい耐熱性石英ガラス材料を提供し得ることも判った。

すなわち、本発明は、高純度合成石英ガラスにアルミニウムを0.5~20ppm含有せしめた合成石英ガラス部材、あるいは更に、窒素100~4,000ppmを含有せしめた耐熱性、加工性の優れた合成石英ガラス部材を提供するものである。

本発明の合成石英ガラスに含有させるアルミニウムは、石英ガラスが合成される系に導入することが実用的に好ましく、例えば、無水塩化アルミニウムを加熱し、その昇華ガスを不活性キャリアガスに同伴させて、四塩化けい素を加水分解させる酸素・水素火炎中に導入し、堆積させるすす状シリカ中に好都合に含有させることができる。

このようにして合成石英ガラス中に含有させるアルミニウム量は0.5~20ppmの範囲が実用的である。その含有量が0.5ppm未満では、耐熱性の向上が期待できないし、また20ppmを超えて導入して

他方、近年の半導体チップの集積度の向上に伴って、その熱処理における炉内の清浄な雰囲気が要求され、特に、不純物が拡散し易い高温領域においても充分清浄な雰囲気をつくり得る高純度、且つ耐熱性の優れた熱処理用石英ガラス材料が要望されるようになった。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明の解決課題は、実質的にアルカリ金属不純物を含まず、1,200℃以上の耐熱性を有する加工性の良好な合成石英ガラス材料を提供することにある。また、本発明の他の課題は、半導体熱処理工業に好適に用い得る耐汚染性、耐熱性の優れた合成石英ガラス炉心管及びポートその他の治具類を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らは、上記課題を解決すべく、特に高純度合成石英ガラスの耐熱性の向上について試作研究を重ねた結果、意外なことに、合成石英ガラスに特定範囲量のアルミニウムをドーブさせることにより極めて望ましい耐熱性石英ガラス材料を

も、それに見合った耐熱性（高温での粘度）の上昇が得られず、またその導入操作の煩雑性を考慮すれば、より多量の導入は工業的に不利である。実用的に好ましい含有量は、1~10ppmである。

一方、耐熱性を向上させるために、かかるアルミニウム含有合成石英ガラスに含有させる窒素は、100~4,000ppmの範囲である。合成石英ガラス部材中の窒素の含有量が100ppm未満では、耐熱性の向上が不充分であり、また、4,000ppmを超えると溶融加工時の発泡が著しく、構造的な強度欠陥部が形成され易いので好ましくない。より望ましい窒素含有量範囲は、耐熱性及び不発泡性を考慮すれば、200~3,000ppmである。

アルミニウム含有合成石英ガラス中への窒素の導入は、通常知られた石英ガラスの窒素化手段によって容易に所定量の窒素を含有させることができ、例えば、すす状シリカ微粒子を堆積させて形成されたアルミニウム含有多孔質ガラス母材を、従来知られた窒素化剤の雰囲気下に窒素化する方法が好都合に採用される。代表的窒素化剤は、窒

素及びアンモニアがであるが、例えば700℃以上の加熱条件下において、けい素と反応結合し得る窒素化合物であれば使用でき、また、それらは、ヘリウム、アルゴンのような不活性ガス、あるいは酸素等の反応抑制ガス類と混用することができる。そのようなガスの使用においては、予め窒素化剤と混合して反応系に導入してもよいし、あるいは並行して流し込むこともできる。また、その窒素化温度は、通常700～900℃程度が好適に採用される。また、その窒素化処理条件は、結合窒素含有量の所望程度に応じて、反応温度、窒素化剤の種類及びその雰囲気濃度等並びに処理時間を適宜組み合わせることで選択されるが、これらは簡単な実験によって容易に選択決定することができる。またそのような窒素化反応条件は、必ずしも一定条件である必要はなく、複数の条件を組み合わせることで選択することができる。

上記のようにしてアルミニウムと窒素が導入され耐熱性及び加工性の優れた本発明の合成石英ガラス部材は、通常不活性ガスの雰囲気中で、例え

供給し、アルミニウム含有すす状シリカ微粒子を堆積させた。そのアルミニウム同伴量を変化させてアルミニウム含有量（ドーパ量）の異なる各種の多孔質ガラス母材（スート体）を調製した。

調製された各スート体を1,450℃の温度の加熱炉中に加熱保持して、それぞれにの透明なアルミニウム含有合成石英ガラス体を得た。

それらの各透明ガラス体の温度1,280℃における粘度（ポイズ）をビームベンディング法により測定して耐熱性を評価した。

それぞれのガラス体のアルミニウム濃度(ppm)及び粘度を下表第1表に示した。

第 1 表

	比較例 1	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 2
Al濃度	0	0.5	1	8	15	28
粘 度	$10^{12.0}$	$10^{11.0}$	$10^{10.5}$	$10^{10.0}$	$10^{9.5}$	$10^{9.0}$

1,280℃における粘度（ポイズ）は、通常の天然石英ガラスでは、 $10^{12.0} \sim 10^{12.5}$ ポイズであって、前記高耐熱性天然石英ガラス（無水天然石英ガラ

ス、1,300～1,500℃あるいはそれ以上の温度に加熱して容易に熔融透明ガラス化することができ、半導体熱処理用等の容器や治具等の所望の部材に成形加工される。

〔 作 用 〕

本発明の合成石英ガラス部材は、アルカリ金属等の不純物が含まれず、優れた耐熱性を有し、しかも優れた加工性を有するので、半導体熱処理用容器や治具等に繰返し使用し得る極めて有用な材料である。

〔 実 施 例 〕

次に、具体例により本発明を更に詳細に説明する。

実施例 1～4 及び比較例 1～2

蒸留精製した四塩化けい素を酸素ガスで同伴させて酸素・水素火炎中に導入し、加水分解させてすす状シリカ微粒子を堆積させた。その際、同時に、無水塩化アルミニウムをその昇華点近傍に加熱して発生した容器内の無水塩化アルミニウム蒸気を不活性ガスで同伴して、該火炎加水分解系に

ス）は $10^{12.0} \sim 10^{12.5}$ ポイズである。一般に、半導体チップの熱処理には、 $10^{12.0}$ ポイズが以上が必要であり、実用的には $10^{12.0}$ ポイズが要求されるが、上記実施例の各ガラス試料は、実用的にも極めて望ましいものである。

実施例 5～9 及び比較例 3～4

実施例1の方法で、1ppm及び10ppmのアルミニウム含有多孔質母材を調製し、これらをアンモニアを含む雰囲気中で熱処理して各種の窒素含有量の合成石英ガラスを作成した。窒素含有濃度は、アンモニアの濃度、処理温度及び処理時間を選択して調製した。得られたそれぞれを透明ガラス化して、実施例1と同様に1,280℃の温度における粘度（ポイズ）をビームベンディング法により測定し、それらの測定値を第2表にまとめて示す。

なお、窒素濃度は、ケルダール法によって求めたものである。

更に表中には、加工性に影響する泡の形成状態の観察評価を記載した。

参考のために、半導体熱処理用治具として用い

られている HERALUX〔商品名：信越石英社から販売されている天然石英ガラス（HLX）〕について測定し、その値を併記した。

第 2 表

	N含有量 (ppm)	Al含有量 (ppm)	粘度 (ポイズ)	泡の 加熱前	状況 加熱後
実施例5	50	1	$10^{12.1}$	なし	なし
" 6	280	1	$10^{12.3}$	なし	なし
" 7	630	10	$10^{12.4}$	なし	なし
" 8	1600	10	$10^{12.5}$	なし	なし
" 9	3220	10	$10^{12.6}$	なし	若干
比較例3	4210	10	$10^{12.8}$	若干	顕著
" 4 HLX	—		$10^{11.9}$	なし	なし

上表より、本発明の石英ガラス部材は、適度の望ましい耐熱性を有し、加熱溶融加工において発泡することがなく、半導体熱処理用容器等適切であることが判る。

〔発明の効果〕

高純度合成石英ガラスにアルミニウムを含有さ

せたガラス材料は耐熱性、加工性及び耐汚染性に優れ、アルミニウムと組み合わせて更に窒素の特定範囲量を含有せしめた合成石英ガラス材料は、一層優れた耐熱性を示し、繰返し使用される炉心管やウエハーボート、その他の治具としての半導体熱処理用部材として好適であり、その工業的価値は極めて高い。

特 許 出 願 人

代理人・弁理士

" "

信越石英株式会社

山 本 亮 一

荒 井 鑑



第1頁の続き

⑦発 明 者 篠 宮 英 一 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社郡山工場内
⑧発 明 者 鈴 木 昇 福島県郡山市田村町金屋字川久保88 信越石英株式会社郡山工場内